10/546828

Japanese Patent Application Laid-Open No. 59-120939 DT09 Rec'd PCT/PT0 '2-5 AUG 2005

	(19) Japan Patent Office (JP)						
	(12) Gazette of Patent Laid-Open Publication (A)						
	(11) Patent Laid-Open Publication No. S59-120939						
	(43) Date of Laid-Open Publication: July 12, 1984						
5	(51) Int. Cl. ³	ID Co	ID Code		Internal Reference No.		
	G 01 N 21	/17			7458-2	2G	
	31	/08 144			6514-2	2G	
	Number of Inventions: 2 Request for Examination: Not requested						
10	(Total pages: 8)						
	(54) Thin-Layer Chromatogram Quantitative Evaluation Device						
	(21) Patent Application No. S58-241081						
	(22) Filing Date: December 22, 1983						
	(32) Priority Date: December 22, 1982						
15	(33) Priority Country: West Germany (DE)						
	(31) Priority Claim No: 3247355.9						
	(72) Inventor:	Johannes Li	Johannes Lipfahn				
		Frankfurter	Straße	250,	D-6100	Darmstadt,	
		Federal Republic of Germany					
20	(72) Inventor:	2) Inventor: Guenter Schiratzph					
		Frankfurter	Straße	250,	D-6100	Darmstadt,	
	Federal Republic of Germany						
	(71) Applicant: Merck Patent GMBH						
		Frankfurter	Straße	250,	D-6100	Darmstadt,	
25	Federal Republic of Germany (74) Attorney: Takao Minami, Patent Attorney						

59-120939

Specifications

5

10

15

20

- 1. Title of the Invention: Thin-layer chromatogram quantitative evaluation device
 - 2. Claims
- 1) An automatic thin-layer chromatogram quantitative evaluation device which automatically and quantitatively evaluates a thin-layer chromatogram by recording light reflected or emitted by an expanded thin-layer plate using a densitometer, comprising:

a light source;

means of forming light ray images on a thin plate;

means of accomplishing the relative motion between said light rays and said thin plate;

an optical unit to record light reflected or emitted by said thin plate;

means of converting, storing and evaluating analogue signals obtained when recording said reflected or emitted light using parameters in proportion to the amount of substance, wherein said optical unit for recording the light reflected or emitted by said thin-layer plate comprises a plurality of optical sensors and wherein the area on said thin-layer plate recorded by the individual sensors is small enough to be able to deem the densitometer distribution within said area to be uniform;

the automatic thin-layer chromatogram quantitative evaluation device further comprising a converter, storage means, a computer and a readout unit capable of:

changing signals obtained by each optical sensor to parameters in proportion to the amount of substance corresponding to the individual area element;

storing said parameters using data storage means; and

5

10

15

20

collecting all parameters which have been converted and stored to give a single value corresponding to the amount of substance within the observed thin-layer spot after all segments of the substance spot on the thin-layer plate have been recorded.

- 2) The device according to Claim 1, wherein the optical sensors are linearly arranged parallel to the light ray images on the thin-layer plate.
- 3) The device according to Claim 2, wherein approximately 5 to 1,000 individual sensors are linearly arranged.
- 4) The device according to Claim 2, wherein 5 to 50 optical transmitters are linearly arranged, each of which is connected to a photodiode.
- 5) The device according to Claim 2, wherein linear sequences with approximately 50 to 1,000 elements are used as the optical sensors.
- 6) The device according to Claim 1, wherein a multi-colored light source is used, and the light reflected or emitted by the thin-layer plate is directed toward the optical sensors by means of a polychromator.

- 7) The device according to any of Claims 2 to 6, wherein a sensor line is arranged so as to move freely in order to receive differing wavelengths.
- 8) The device according to Claim 6, wherein a two-dimensional multi-element photo detector is used to simultaneously receive differing wavelengths.

5

10

15

- 9) The device according to Claim 7 or 8, wherein the device is designed as a multiple-wavelength device, which simultaneously measures at least one standard wavelength and one measured wavelength using, for each case, a linear-shaped or linearly-formed optical sensor assigned to a specific wavelength of the two-dimensional multi-element photo detector.
- 10) An automatic quantitative evaluation method for a thin-layer chromatograph, wherein the device according to Claim 1 is used, and light reflected or emitted by an expanded thin-layer plate is recorded by a densitometer.

(19 日本国特許庁 (JP)

① 特許出願公開

⑩公開特許公報(A)

昭59—120939

⑤Int. Cl.³G 01 N 21/17 31/08 識別記号

1 4 4

庁内整理番号 7458-2G 6514-2G ❸公開 昭和59年(1984)7月12日

発明の数 2 審査請求 未請求

(全 8 頁)

❷薄層クロマトグラムの定量的評価装置

②特 願 昭58-241081

②出 願 昭58(1983)12月22日

優先権主張 ③1982年12月22日③西ドイツ (DE)①P3247355.9

@発 明 者 ヨハネス・リップファーン

日 コハボヘーファック ドイツ連邦共和国D - 6100ダル ムシユタツト・フランクフルテ

ル・シユトラーセ250

27発明者 ギュンテル・シーラツフ

ドイツ連邦共和国D - 6100ダル ムシユタツト・フランクフルテ ル・シユトラーセ250

⑪出 願 人 メルク・パテント・ゲゼルシヤフト・ミット・ベシユレンクテル・ハフツングドイツ連邦共和国D-6100ダルムシユタット・フランクフルテ

ル・シユトラーセ250

個代 理 人 弁理士 南孝夫

明 細 奪

1.発明の名称 薄層クロマトグラムの定量的評 価装置

2. 特許請求の範囲

1) 光源、薄層プレート上に光の線像を形成す るための手段、その光の線と海層プレート間 の相対運動を遂行するための手段、薄層プレ ートにより反射または発出された光を記録す るための光学ユニット、および物質量に比例 したパラメータでその反射または発出された 光を記録する際に得られるアナログ信号を変 換、配憶および評価するための手段を包含す る、展開された薄層プレートにより反射また は発出された光を濃度計により記録すること により薄層クロマトグラムを定員的かつ自動 的に評価するための装置であつて、前記薄層 プレートにより反射または発出された光を記 録するための光学ユニツトは多数の光学セン サを含み、個々のセンサにより記録される薄 層 ブレート上の面積 はこの面積内の濃度計に

- 2) 光学センサが薄層プレート上の光の線像に 平行な線状に配設される特許請求の範囲第1 項記載の装置。
- 3) 約5~約1,000の個々のセンサが線状に配設 される特許請求の範囲第2項記載の装置。
- 4) 5~50個の光伝送体が線状に配設され、その各々がフォトダイオードに接続される特許

P04-0003 -00WD-HP

'04. 4.20

請求の範囲第2項記載の装置。

- 5) 光学センサとして約50~1,000個の要素を 有する線状列を用いる特許請求の範囲第2項 記載の装置。
- 6) 多色光源が用いられ、そして薄層プレート により反射または発出された光がポリクロメ ータにより光学センサに向けられる特許請求 の範囲第1項記載の装置。
- 7) センサラインが異なる波長を受けるために 移動自在に配設されている特許請求の範囲第 2 ~第 6 項のいずれかーンに記載の装置。
- 8) 異なる波長を同時に受けるために二次元多要素受光器を用いる特許請求の範囲第6項記載の装置。
- 9) 装置が多波長装置として設計され、少くとも一つの標準波長と一つの測定波長とを、それぞれの場合について二次元多要素受光器の、特定の波長に割り当てられた線形または線状の光学センサで同時測定する特許請求の範囲第7項または第8項記載の装置。

的に三種類の方法によつて行なわれている。最も普通に用いられる方法は、一連の TLC スポットがなるべく中心的に記録されるように、すなわちそれらの濃度プロフィールの 焦点が投射された線の中央にくるように光の線を TLC プレートに対して動かすことから成る。 その線状測定区域により反射される光を測定する際に得られる信号を物質濃度と相関させるのである。

10) 特許請求の範囲第1項記載の装置を用いる ことを特徴とする、展開された薄層ブレート により反射または発出された光を濃度計によ り記録することによる薄層クロマトグラムの 自動定量的評価方法。

3.発明の詳細な説明

瀬層クロマトグラムの定量的評価は現在本質

形化されればならない検量線を集める必要がある。とのことは各々の場合において比較的狭い 決度範囲の中で可能であるにすぎない。自体必要である、測定すべき各物質スポットについて の線の大きさおよび線の位置の至適化には極め て時間がかかる。

そこで、評価を極めて迅速に、高い精度でか つできる限り自動的に行なうことを可能にする 薄厚クロマトグラムの定量的評価装價を見出す ことが本発明の目的である。

今般、 との目的は TLC スポットを自体知られ

出された光を記録する際に得られるアナログ信 号を変換、記憶および評価するための手段を包 含する展開された薄層ブレートにより反射また は発出された光を記録することにより稼磨クロ マト グラムを定量的 かつ自動 的に 評価するため の装備であつて、前記海層プレートにより反射 または発出された光を記録するための光学ユニ ツトは多数の光学センサを含み、個々のセンサ により記録される薄層プレート上の筋漿はこの 面積内の凝度計分布を均一とみなすことができ る程に小さく、そして、各光学センサにより得 られる信号を個々の面積要素に相当する物質量 化比例するパラノータに変換でき、 これらのパ ラノータをデータ記憶手段に記憶させることが でき、そして薄層プレート上の物質スポットの すべてのセグメントが記録された後はすべての 変換され記憶されたパラメータを集合させて観 測される薄層スポット中の物質量に相当する一 個の値を与えることのできる変換器、記憶手段、 コンピユータおよび 読み出しユニツトを備えた

すなわち、本発明は、光源、薄層プレート上に光の線像を形成するための手段、その光の線と薄層プレート間の相対運動を遂行するための手段、薄層プレートにより反射または発出された光を記録するための光学ユニット、および物質量に比例したパラメータでその反射または発

ことを特徴とする、 薄層クロマトグラムの自動 定量的評価装置に関する。

図面は本発明装曜の好適な態様の一部を概略図で示したものである。

とれらの図において、 1 は TLC ブレートを示 し、そして 2 はその上に展開された物質スポッ トを示す。 3 はモノクロメータ(単色光源)で

本発明の特徴を具体化するには多くの可能性がある。各場合において、物質スポット(2)を有する展開された TLC プレート(1)は光の般状帯(4) で照射され、そして、光の線(4)と TLC プレート(1)との間の相対運動によつて、 TLC ブレート(1) の表面の少くとも一部の面積が評価の過程でギ

センサの使用数は光の線(4)の長さにもマッチさせる。 1 個のセンサにより観測される面積要素は約UO15~Q.8 mmのエッジ長さを有するべきである。 5 個のセンサを用いる場合には従つて、光の線(4)の長さは 3~4 mm を超えるべきではない。それ故さらに幅の広いクロマトグラフィーの展

ヤップなく走査されるように調整する。 この相対運動はクロマトグラムの流動方向、 あるいはそれを横断する方向のいずれでもよく、 それにはつてクロマトグラフィーの展開スポット(試料の展開方向の物質スポット)または同じRt値であるが異なる試料の物質スポットが各工程でであるが異なる。 この相対運動を行なわせるための手段は当業者に知られており、 ここで説明するまでもない。

単色光を用いる装置は第1図~第4図に示されている。使用光源は、例えば低圧または高圧 水銀ランプ、重水素ランプ、キセノンランプま たはタングステンランプなどであつてよい。

前記光顔、モノクロメータおよび TLC ブレート(1) 上に光の線(4)として単色光の像を作るための手段は当業者に知られており、これもまたさらに説明するまでもない。

TLC ブレート(1)から反射または発出される光をセグメント式に記録するための光学センサは 光の線(4)の像に対し平行な線状として配列する

開スポットを測定する場合にはさらに多数のセンサを用いるのが好ましい。センサの数は、 1 個のセンサにより観測される面積要素のエッジ長さが約0.05~0.2 mmとなるように選択するのが好ましい。

TLC ブレート(1)により反射または発出された 光の転送は例えば第1 図および第3 図に示される 2 図に示されるように焦点合わせ光学手段(8)を 用いて行なうととができる。第2 図に示されるように焦点合わせ光学手段に ように、 TLC ブレート(1)を、 光伝を用いて ように、 TLC ブレート(1)を、 できる、ファイータ(3) かの毅(4)で照射することもでアイータ(3) から発せられる光で照射するのに用いたなの ないた光を多要素でいく(10)はそれのの 方ケーシングファイバ(11)は、 反射まなのの 方かた光を多要素でいく(13)に 伝統で 立つ、光伝送体(5,11)はそれぞれ個々のフォト で接続するのが好ましい。

石英の光伝送ファイバを光伝送体として用いるととができ、またそれが好ましい。 焦点合わ

せ光学手段(8)、 例えば収束レンズまたは凹面鏡などは、 線状列(9)と組み合わせて用いるのが好ましい。

. . .

このような装置は、光分散要素としてモノク ロメータを用いる必要がないので、光源出力が

またそれが好ましい。 この場合、 収束 レンズ(18) を用いてスリット(17)を通してランプ(16)から TLC プレート(1)上に投射された光の線(4)はホログラフィー格子(19)により全波長域にわたつて分解される。

受光面(15)の方向に移動自在に配設された線状多要素受光器(13)に代えて、いくつかの線状多要素受光器を受光面内に並設して、各受光装置にある波長を割り当てることもできる。このような場合には第6図の装置に示されるような二次元多要素受光装置(20)を用いることができ

よつて目的のスペクトル域を問題なく選択する ことができる。他方において、完全なスペクト ルをミリ秒単位でスクリーン上に得ることがで きるので、定量的評価を至適化するのに決定的 な所要の情報が極めて迅速に利用できる。

とれらの利点は反射率測定に限らず、ケイ光 測定にも利用できる。ある吸光波長をフイルタ を増やすことによつて光源から除去することが でき、またいずれの場合もケイ光域に相当する フォトダイオードマトリツクス域が評価される ように、ポリクロメータに入る前にフイルタで 再び除かれるかまたは評価の際に抑止される。

自体知られており、また測定被長と標準波長の至適化に極めて時間のかかる二波長濃度計を用いる場合には、時間の点で著しい利点が得られる。何故ならば、例えばすべての情報が飲みいた。で接置に連接したスクリーン上に現われ、吸いで吸収極大の波長を標準波長として即とにないできるからである。本発明の装置は

両方の情報項目が常に TLC プレート上の同じ点に起源しそして同時に得られることを保証する。 従来技術による装置では、 このために極めて複 雑な光学装置を必要とし、また個々の情報項目 を交互にしか記録できなかつた。

本発明は濃度計評価に必要な測定値の記録を

ックグラウンド区域(その部分は全測定値からコンピュータにより排除される)の区別を明瞭に行なうことができる。 このため 既知の評価装置とは対照的に、 静の幅は臨界的でなくなり、またスポットの大小によるシグナル/ノイズ比の途いは全くなくなる。

目的としている。 得られたアナログ信号のデジタル 御定値への変換 およびその 記憶、 加算および 評価は自体知られた手段 および 自体 知られた 方法によつて行な うことができる。 コンピュータ に受容可能な出力、 コンピュータ および ソフトウェアを有する 線状 列また はマトリック ス 狭 別 (二 次 元 列) または アナログ・デジタル 変換 器がこれには必要である。

グラフィーの展開スポットを同時配録できるよ りに光の線(4)の長さを選択することさえも可能 である。既知の評価装置はこれらの方法のいず れをも可能としない。

とのように、本発明の評価装像は展開されたTLCプレートを極めて迅速に、しかもこれまで達し得なかつた精度をもつて定量的に評価するととのできる多くの新規で有利な評価方法を提供する。

4. 図面の簡単な説明

第1図は光の線の像が単色光により TLC ブレート上に形成され、そして表面から反射または 発出した光を光伝送体を介して受光器に送られる装置を示す。

第2回は同様の装置を示し、表面から反射または発出される光は焦点合わせ光学手段により 線状列に配向される。

第3回はTLCプレートの照射および反射または発出された光の案内の両方が光伝送体を用いて行なわれる装置を示す。

第4図は光伝送体の断面図を示す。

第 5 図は TLC プレートを多色光で照射するの に適した装置を示す。

第 6 図は多色光を使用できる別の装置を示す。 1 … TLC ブレート、2 …物質スポット、3 … モノクロメータ、5 …光伝送体、7 … フォトダ イオード、13 …受光器、14 … ポリクロメー タ、20 …受光器。

> 特許出願人 メルク・パテント・ゲゼルシヤフト・ ミット・ペシュレンクテル・ハフツング

> 代 規 人 弁理士 南 孝 夫











